

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 10 2004 053 297.4

Anmeldetag: 04. November 2004

Anmelder/Inhaber: Gesellschaft für Nachhaltige Stoffnutzung mbH,
06120 Halle/DE

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zur Gewinnung von
Stickstoffdünger aus organischen Abfallprodukten

Zusatz: zu DE 103 54 063.6

IPC: C 05 C, C 05 G, C 05 F

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 02. Februar 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Verfahren und Vorrichtung zur Gewinnung von Stickstoffdünger aus organischen Abfallprodukten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Gewinnung von Stickstoffdünger aus organischen Abfallprodukten in flüssiger Phase sowie zur Hygienisierung der Abfälle bzw. zur Emissionsminderung durch thermische Behandlung unter Verwendung von mineralischen oder organischen Zusätzen nach Patentanmeldung 103 54 063.

Sie hat das Ziel, Verfahren und Vorrichtung der Patentanmeldung 103 54 063 weiter zu entwickeln und Vorzugsvarianten heraus zu stellen, mit denen das Verfahren noch effektiver gestaltet werden kann.

Erfindungsgemäß gelingt das durch ein Verfahren zur Gewinnung von Stickstoffdünger aus organischen Abfallprodukten in flüssiger Phase (Suspension, Emulsion, Lösung) sowie zur Hygienisierung der Abfälle und zur Emissionsminderung durch thermische Behandlung unter Verwendung von mineralischen oder organischen Zusätzen, wobei das Abfallprodukt bei Unterdruck auf Temperaturen zwischen 40 ° und 90 °C erhitzt, das dabei entweichende und Kohlendioxid und Ammoniak enthaltende Gas gekühlt und in eine mineralisch-wässrige Suspension eingeleitet bzw. mit ihr in Kontakt gebracht, der hierbei gebildete Stickstoffdünger ausgetragen und das nicht absorbierte und Kohlendioxid enthaltende Überschussgas im Kreislauf geführt und der zu Beginn des Prozesses durch eine Vakuumpumpe erzeugte Unterdruck durch den Verlauf des Prozesses autogen aufrecht erhalten wird, nach Patentanmeldung 103 54 063, wenn das nicht absorbierte und Kohlendioxid enthaltende Überschussgas in den Kreislauf zurück geführt wird, indem es entweder

- direkt oberhalb des zu behandelnden Abfallprodukts oder
- über ein Gaskühlsystem oberhalb des zu behandelnden Abfallprodukts oder

- geteilt und ein Teilstrom durch das Abfallprodukt und ein weiterer Teilstrom oberhalb des Abfallprodukts eingeleitet wird.

Eine bevorzugte Variante besteht darin, dass im vorderen Teil des Gaskühlsystems (Trennsäule) eine Temperatur eingestellt wird, die mindestens 3 und höchstens 15 K unter der Temperatur im Strippbehälter liegt, während im hinteren Teil (Kühler) die weitere Abkühlung auf vorzugsweise 40 °C erfolgt.

Zweckmäßig wird das Verfahren bei einem Druck von 30 bis 70 kPa durchgeführt.

Eine mögliche Variante des Verfahrens besteht darin, dass das Kohlendioxid und Ammoniak enthaltende Gas in eine schwefelsaure Lösung als wässriges Absorptionsmittel eingeleitet bzw. mit ihr in Kontakt gebracht wird. Möglich ist auch eine Abmischung einer mineralisch-wässrigen Suspension mit einer Säure. Beides kann zur Erhöhung der Umsetzungsgeschwindigkeit führen.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Gewinnung von Stickstoffdünger, bestehend aus den wesentlichen Teilen Strippbehälter für Erwärmung unter Unterdruck, Vorlagebehälter für Reaktionen in heterogener Phase, Wärmespeicher zum Wärmeaustausch, Vakuumpumpe, Heizwasserpumpe, Umlaufventilator und Rührer nach Patentanmeldung 103 54 063, enthält

- ein zusätzliches Gaskühlsystem mit aufsteigender Trennsäule (vorderer Teil) und absteigendem Kühler (hinterer Teil) und
 - zusätzliche Rohrleitungen und Kugelhähnen,
- damit das Kreislaufgas
- ganz oder teilweise in den Strippbehälter oberhalb des Abfallproduktes
 - oder ganz oder teilweise direkt über das Kühlsystem in den Vorlagebehälter
 - oder teilweise in den Strippbehälter in das Abfallprodukt
- eingeleitet werden kann, wobei die Restströme bei Teilung des Kreislaufgases wahlweise über Kugelhähne in die zwei übrigen der bezeichneten Zuflussstellen eingeleitet werden.

Es wird ein auffallend besseres Ergebnis erhalten, wenn die in den Vorlagebehälter eingeleiteten Gase in den Strippbehälter zurückgeführt und so im Kreislauf geführt werden. Diese Kreislaufführung des Überschussgases ist wesentliches Merkmal der Erfindung. Ohne diese Kreislaufführung bleibt die Reaktion des Mineralmehles mit dem Strippgas auch nach langer Reaktionsdauer unvollständig.

Die Vorrichtung besteht aus folgenden an sich bekannten wesentlichen Teilen:

- Strippbehälter für Erwärmung unter Unterdruck (1)
- Vorlagebehälter für Reaktion in heterogener Phase (2)
- Wärmespeicher zum Wärmeaustausch (3)
- Vakuumpumpe (4)
- Heizwasserpumpe (5)
- Umlaufventilator (6)

sowie an sich bekannten Aufheizsystemen, Rohrleitungen, Absperrorganen und Mess- und Regelungstechnik, deren erfindungsgemäßes Merkmal darin besteht, dass mit Hilfe des Umlaufventilators das Überschussgas aus dem Vorlagegefäß (2) in den Prozess zurückgeführt werden kann.

Dabei wird das Kreislaufgas in einer bevorzugten Form der Erfindung in den Strippbehälter oberhalb des Abfallproduktes eingeleitet.

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird das Kreislaufgas in das Kühlsystem zwischen Trennsäule und Kühler eingeschleust.

Es hat sich schließlich in einer dritten Form der Erfindung gezeigt, dass es auch vorteilhaft sein kann, den Kreislaufgasstrom zu teilen und das Überschussgas zum einen Teil direkt in das Abfallprodukt in den Strippbehälter einzuleiten und den anderen Teil oberhalb des Füllstandes des Abfallproduktes im Behälter oder in den oben bezeichneten Teil des Kühlsystems.

Die Erfindung wird durch nachfolgendes Beispiel näher beschrieben und die dafür erforderliche Vorrichtung in drei bevorzugten Varianten schematisch dargestellt, ohne darauf beschränkt zu sein.

Fig. 1 zeigt beispielhaft das Schema einer solchen Vorrichtung zur Gewinnung von Stickstoffdünger.

Darin bedeuten:

- 1 Strippbehälter für Erwärmung unter Unterdruck
- 2 Vorlagebehälter für Reaktion in heterogener Phase
- 3 Wärmespeicher (Thermosyphon) zu Wärmeaustausch
- 4 Vakuumpumpe
- 5 Heizwasserpumpe
- 6 Umlaufventilator
- 7 Rührer
- 8 Wärmeüberträger
- 9 Zufuhr von Ablauf
- 10 Ausgang des Heizwassers
- 11 Leitung für Rücklauf des Heizwassers
- 12 Leitung für Strippgas
- 13 Leitung für Rücklaufgas
- 14 Kugelhahn
- 15 Kugelhahn
- 16 Austrag Rückstand
- 17 Austrag Stickstoffdünger
- 18 Aufsteigender Teil des Kühlsystems (Trennsäule)
- 19 Absteigender Teil des Kühlsystems (Kühler)
- 20-22 Kugelhähne für Rücklaufgas
- 23 Absperrhahn

Beispiel

Die als Beispiel ausgewählte Anlage arbeitet im Batchbetrieb. Der Wärmespeicher (3), der beispielhaft als Schichtenspeicher (Thermosyphon) ausgebildet ist, dient der Zwischenspeicherung der Wärme des behandelten Ablaufs zur Aufheizung des frisch eingefüllten flüssigen Abfallproduktes, im Beispiel wurden 250 Liter vergorene Gülle (Ablauf) verwendet. Das Wasser im Schichtenspeicher wird durch behandelten Ablauf vorgeheizt und durch Bioheizkraftwerk-Abwärme (BHKW) über den Wärmeübertrager (8) nachgeheizt, so dass am Speicherkopf ständig eine Temperatur von 90 °C anliegt.



Anfahren des Batchprozesses

Der frische Ablauf wird an der Stelle (9) in den Strippbehälter (1) eingefüllt. Nach dem Verschließen des Behälters erfolgt die Aufheizung mittels Heizwasser, das direkt am Kopf des Schichtenspeichers an der Stelle (10) entnommen wird, auf eine Temperatur von 80 °C. Der Rücklauf des Heizwassers wird dem Schichtenspeicher (3) über die Leitung (11) mittels der Heizwasserpumpe (5) wieder zugeführt und somit in der entsprechenden Temperaturzone wieder eingeschichtet.

Nach Erreichen der Betriebstemperatur wird über eine geregelte Vakuumpumpe (4) im gesamten System ein Druck von 400 mbar eingestellt, wobei die Druckabsenkung wiederum langsam und stetig durchzuführen ist. Ist dieser Druck erreicht, wird der Umlaufventilator (6) in Betrieb genommen, so dass das Strippgas mit definiertem Gasdurchsatz aus dem Strippbehälter (1) über die Leitung (12) abgesaugt sowie Rücklaufgas aus dem Vorlagebehälter (2) dem Strippprozess über die Leitung (13) zugeführt wird, wobei mit Hilfe der Kugelhähne 20 bis 22 drei bevorzugte Varianten der erfindungsgemäßen Kreislaufgasführung gewählt werden können:

Variante A: Kugelhahn 21 wird geöffnet, während 20 und 22 geschlossen bleiben. Dann fließt das Kreislaufgas vollständig oberhalb des Abfallproduktspiegels in den Strippbehälter (1) ein.

Variante B: Kugelhahn 21 bleibt geschlossen, die Kugelhähne 20 und 22 werden teilweise geöffnet, so dass ein Teil des Kreislaufgases durch das Abfallprodukt strömt, während der Rest zwischen der Kolonne (3) und Kühler (4) in den Prozess zurückgeführt wird.

Variante C: Der Kugelhahn 20 wird geöffnet, und die Kugelhähne 21 und 22 bleiben geschlossen. Dann fließt das Kreislaufgas vollständig in der bezeichneten Mitte des Kühlsystems in den Prozess zurück.

Ablauf des Batchprozesses

Während des Batchprozesses werden Temperatur und Druck im Strippbehälter (1) durch Zu- und Abschalten der Heizwasserpumpe (5) bzw. der Vakuumpumpe (4) konstant auf 80 °C und 400 mbar gehalten.

Unter diesen Bedingungen werden im Laufe von etwa 2 Stunden aus dem Ablauf zunächst CO₂ und danach Ammoniak ausgetrieben, im Kreislaufprozess umgesetzt und in der nachgeschalteten Vorlage ausgewaschen.

Mit dem dort vorgelegten Mineralmehl, für das beispielhaft Gips verwendet wurde, setzen sich die Reaktionsprodukte zu Kalk und Ammoniumsulfat um, wobei die nicht gelösten Mineralmehl- und Kalkpartikel durch den Rührer (7) in Suspension gehalten werden. Die Rührgeschwindigkeit ist so zu wählen, dass keine Verstopfung von Zu- und Abflüssen durch ausgefallenen Kalk auftritt.

Die Masse des ausgetriebenen Ammoniaks beträgt ca. 850 g pro Batchprozess. Diese setzen ca. 3,4 kg Gips um, der vorher in 10 l Vorlagewasser suspendiert wurde.

Als Reaktionsprodukte entstehen ca. 2,5 kg Kalk und 3,3 kg Ammoniumsulfat in wässriger Phase. Beide Substanzen können ohne weitere Nachbehandlung als Düngemittel verwendet werden.

Abfahren des Batchprozesses

Nach weitestgehender Ausgasung des Ammoniaks aus dem Ablauf wird die durch den Umlaufventilator angetriebene Gaszirkulation außer Betrieb genommen. Das System wird belüftet.

Die Abkühlung des behandelten Ablaufs erfolgt, indem durch Schließen des Kugelhahnes (14) und Öffnen des Kugelhahnes (15) im Heizkreislauf nunmehr kaltes Speicherwasser, welches im unteren Teil des Schichtenspeichers entnommen wird, durch den Wärmetauscher des Strippbehälters geführt wird. Die Wärme des behandelten Ablaufs wird auf diese Weise an das kalte Speicherwasser abgegeben. Das erwärmte Speicherwasser wird wiederum dem Speicher über den Thermosyphon zugeführt und in der Zone entsprechender Temperatur in den Wärmespeicher eingeschichtet.

Nach Abkühlung des behandelten Ablaufs wird der Strippbehälter an der Stelle (16) entleert und steht für die nächste Befüllung zur Verfügung. Aus dem Vorlagebehälter wird nach jedem Batchprozess (vor dem Neuaufbau des Vakuums für den nächsten Prozess) der Sumpf an der Stelle (19) über den Hahn (23) abgezogen und eine neue Gipssuspension eingegeben.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung von Stickstoffdünger aus organischen Abfallprodukten in flüssiger Phase sowie zur Hygienisierung der Abfälle und zur Emissionsminderung durch thermische Behandlung unter Verwendung von mineralischen oder organischen Zusätzen, wobei das Abfallprodukt bei Unterdruck auf Temperaturen zwischen 40 ° und 90 °C erhitzt, das dabei entweichende und Kohlendioxid und Ammoniak enthaltende Gas gekühlt und in eine mineralisch-wässrige Suspension eingeleitet bzw. mit ihr in Kontakt gebracht, der hierbei gebildete Stickstoffdünger ausgetragen und das nicht absorbierte und Kohlendioxid enthaltende Überschussgas im Kreislauf geführt und der zu Beginn des Prozesses durch eine Vakuumpumpe erzeugte Unterdruck durch den Verlauf des Prozesses autogen aufrecht erhalten wird, nach Patentanmeldung 103 54 063, dadurch gekennzeichnet, dass das nicht absorbierte und Kohlendioxid enthaltende Überschussgas in den Kreislauf zurück geführt wird, indem es entweder
 - direkt oberhalb des zu behandelnden Abfallprodukts
 - über ein Gaskühlsystem oberhalb des zu behandelnden Abfallprodukts oder
 - geteilt und ein Teilstrom durch das Abfallprodukt und ein weiterer Teilstrom oberhalb des Abfallproduktseingeleitet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass im vorderen Teil des Gaskühlsystems eine Temperatur eingestellt wird, die mindestens 3 und höchstens 15 K unter der Temperatur im Strippbehälter liegt, während im hinteren Teil die weitere Abkühlung auf 40 °C erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass bei einem Druck von 30 bis 70 kPa gearbeitet wird.
4. Verfahren zur Gewinnung von Stickstoffdünger aus organischen Abfallprodukten in flüssiger Phase sowie zur Hygienisierung der Abfälle und zur Emissionsminderung durch thermische Behandlung unter Verwendung von mineralischen oder organischen Zusätzen, wobei das Abfallprodukt bei Unterdruck auf Temperaturen

zwischen 40 ° und 90 °C erhitzt, das dabei entweichende und Kohlendioxid und Ammoniak enthaltende Gas gekühlt und in ein wässriges Absorptionsmittel eingeleitet, der hierbei gebildete Stickstoffdünger ausgetragen und das nicht absorbierte und Kohlendioxid enthaltende Überschussgas im Kreislauf geführt und der zu Beginn des Prozesses durch eine Vakuumpumpe erzeugte Unterdruck durch den Verlauf des Prozesses autogen aufrecht erhalten wird, nach Patentanmeldung 103 54 063, dadurch gekennzeichnet, dass das nicht absorbierte und Kohlendioxid und Ammoniak enthaltende Überschussgas in eine schwefelsaure Lösung als wässriges Absorptionsmittel oder in eine Abmischung einer mineralischen Suspension mit einer Säure eingeleitet bzw. mit ihr in Kontakt gebracht wird.

5. Vorrichtung zur Gewinnung von Stickstoffdünger, bestehend aus den wesentlichen Teilen Strippbehälter für Erwärmung unter Unterdruck, Vorlagebehälter für Reaktionen in heterogener Phase, Wärmespeicher zum Wärmeaustausch, Vakuumpumpe, Heizwasserpumpe, Umlaufventilator und Rührer nach Patentanmeldung 103 54 063, dadurch gekennzeichnet, dass
- die Vorrichtung ein zusätzliches Gaskühlsystem mit aufsteigender Trennsäule und absteigendem Kühler und
 - zusätzliche Rohrleitungen und Kugelhähne enthält,
- damit das Kreislaufgas
- ganz oder teilweise in den Strippbehälter oberhalb des Abfallprodukts
 - oder ganz oder teilweise direkt über das Kühlsystem in den Vorlagebehälter
 - oder teilweise in den Strippbehälter in das Abfallprodukt
- eingeleitet werden kann, wobei die Restströme bei Teilung des Kreislaufgases wahlweise in die zwei übrigen der bezeichneten Zuflussstellen eingeleitet werden.

Zusammenfassung

Verfahren und Vorrichtung zur Gewinnung von Stickstoffdünger aus organischen Abfallprodukten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Gewinnung von Stickstoffdünger aus organischen Abfallprodukten in flüssiger Phase sowie zur Hygienisierung der Abfälle bzw. zur Emissionsminderung durch thermische Behandlung unter Verwendung von mineralischen oder organischen Zusätzen nach Patentanmeldung 103 54 063.

Erfindungsgemäß gelingt das durch ein Verfahren, bei dem das nicht absorbierte und Kohlendioxid enthaltende Überschussgas in den Kreislauf zurück geführt wird, indem es entweder

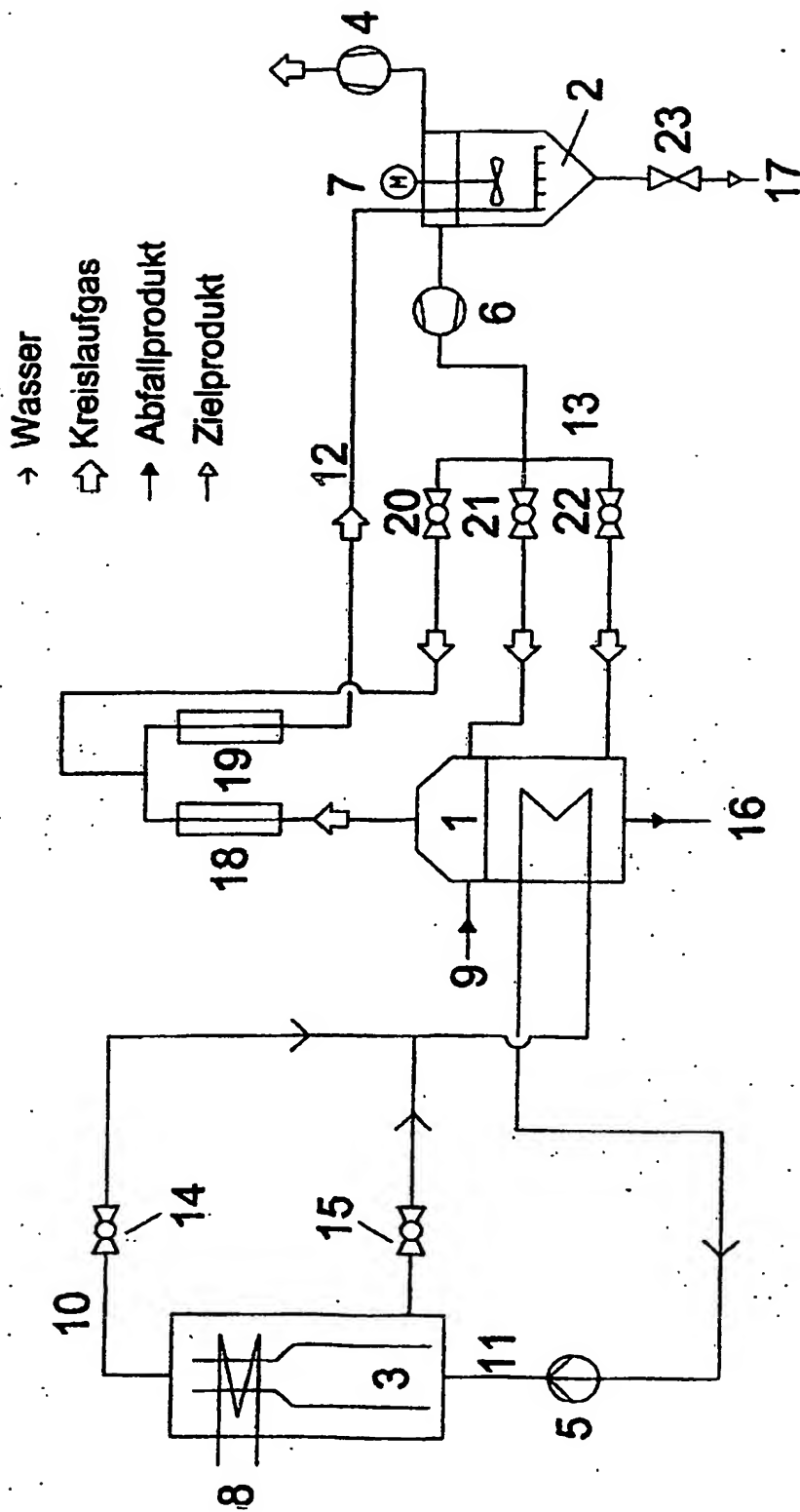
- direkt oberhalb des zu behandelnden Abfallprodukts oder
- über ein Gaskühlsystem oberhalb des zu behandelnden Abfallprodukts oder
- geteilt und ein Teilstrom durch das Abfallprodukt und ein weiterer Teilstrom oberhalb des Abfallprodukts

eingeleitet wird.

Eine weitere Variante des Verfahrens besteht darin, dass das Kohlendioxid und Ammoniak enthaltende Gas in eine schwefelsaure Lösung als wässriges Absorptionsmittel oder in eine Abmischung einer mineralischen Suspension mit einer Säure eingeleitet bzw. mit ihr in Kontakt gebracht wird.

Figur 1

Schema der Vorrichtung zur Gewinnung von Stickstoffdünger



Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/EP04/013034

International filing date: 15 November 2004 (15.11.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: DE
Number: 10 2004 053 297.4
Filing date: 04 November 2004 (04.11.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 24 February 2005 (24.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.